

10/540659  
Rec'd PCT/PTO 23 JUN 2005  
PCT/JP03/16678

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

25.12.03

JP03/16678

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2002年12月27日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2002-381995

[ST. 10/C]: [JP2002-381995]

出 願 人  
Applicant(s): 株式会社アイ. エス. テイ

REC'D 19 FEB 2004

WIPO

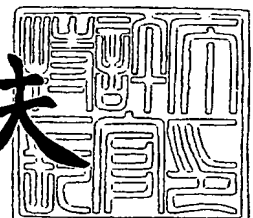
PCT

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 2月 5日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願  
【整理番号】 R7595  
【提出日】 平成14年12月27日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 C08L 79/08  
C08G 73/10  
C08J 5/18  
C08K 5/1535  
C08K 5/1565

## 【発明者】

【住所又は居所】 滋賀県大津市一里山5丁目13番13号 株式会社アイ  
．エス．テイ内

【氏名】 森内 幸司

## 【発明者】

【住所又は居所】 滋賀県大津市一里山5丁目13番13号 株式会社アイ  
．エス．テイ内

【氏名】 米虫 治美

## 【発明者】

【住所又は居所】 滋賀県大津市一里山5丁目13番13号 株式会社アイ  
．エス．テイ内

【氏名】 菊地 雅彦

## 【特許出願人】

【識別番号】 391059399

【氏名又は名称】 株式会社 アイ．エス．テイ

## 【代理人】

【識別番号】 110000040

【氏名又は名称】 特許業務法人 池内・佐藤アンドパートナーズ

【代表者】 池内 寛幸

【電話番号】 06-6135-6051

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 139757

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0107309

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリイミド前駆体液組成物及びポリイミド被膜

【特許請求の範囲】

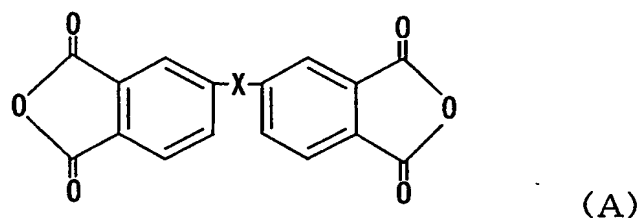
【請求項1】 以下の化学式 (A) (式中、Xは、 $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-CH_2-$ 、 $-CF_2-$ 、 $-C(CH_3)_2-$ 、 $-C(CF_3)_2-$ または直接結合を表わす) 及び化学式 (B) から選ばれる少なくとも1種の芳香族テトラカルボン酸二無水物と、

以下の化学式 (I) 及び化学式 (II) (式中、Yは、 $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-CH_2-$ 、 $-CF_2-$ 、 $-C(CH_3)_2-$ 、 $-C(CF_3)_2-$ 、 $-CO-$ または直接結合を表わす) から選ばれる少なくとも1種の芳香族ジアミンと、

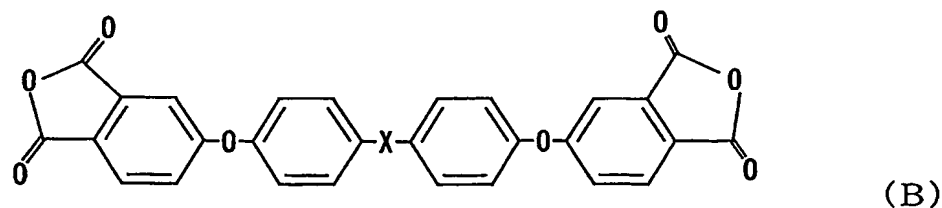
極性重合溶媒と、

前記極性重合溶媒と同等又はそれ以上の沸点を有するラクトン化合物を含むポリイミド前駆体液組成物。

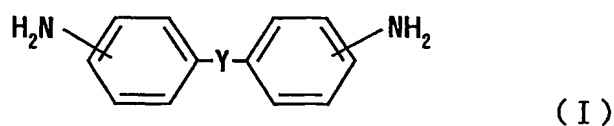
【化1】



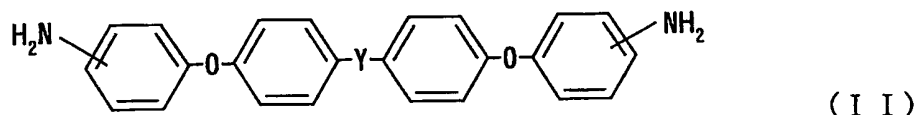
【化2】



【化3】



## 【化 4】



【請求項 2】 前記ラクトン化合物が、 $\alpha$ -メチル- $\gamma$ -ブチロラクトン、 $\gamma$ -バレロラクトン、 $\delta$ -バレロラクトン、 $\beta$ -プロピオラクトン、 $\gamma$ -ブチロラクトン及び $\epsilon$ -プロラクトンから選ばれる少なくとも一つである請求項 1 に記載のポリイミド前駆体組成物。

【請求項 3】 前記ポリイミド前駆体液の固形分を 100 質量部としたとき、前記極性重合溶媒が 150～900 質量部、前記ラクトン化合物が 15～750 質量部の範囲である請求項 1 又は 2 に記載のポリイミド前駆体組成物。

【請求項 4】 前記ポリイミド前駆体は、前記極性重合溶媒中で重合され、その後前記ラクトン化合物が添加されている請求項 1～3 のいずれかに記載のポリイミド前駆体溶液組成物。

【請求項 5】 請求項 1～4 のいずれかに記載のポリイミド前駆体組成物をイミド転化させたポリイミド被膜。

【請求項 6】 前記ポリイミド被膜が、厚さ  $50 \pm 10$  マイクロメートル ( $\mu\text{m}$ ) のフィルムまたは被膜に対して 420 ナノメートル ( $\text{nm}$ ) の光を照射したとき、50%以上の透過率を示す請求項 5 に記載のポリイミド被膜。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、本質的に無色透明なポリイミド前駆体及びポリイミド被膜（フィルム及びシートを含む）に関する。更に詳しくは、本発明は、光ファイバー、液晶表示面の基板や保護シート等に有用な本質的に無色透明なポリイミド被膜、および耐熱性被膜のために有用な本質的に無色透明なポリイミドフィルムなどに関する。

## 【0002】

**【従来の技術】**

ポリイミド被膜およびフィルムは、熱安定性および良好な電氣的、機械的特性が必要であったり望ましいと考えられる多くの様々な製品用途において使用されている。この他に良好な透明特性を有するポリイミド被膜およびフィルムは、液晶ディスプレイ装置、光ファイバーケーブル被膜、導波管および太陽電池用保護被膜等においてフィルムとして広範囲に用いられてきた。こうしたポリイミド被膜およびフィルムは良好な透明性を有するが、膜生成に至る過酷な熱履歴の結果として、黄色または褐色に着色されることが多い。この着色は、着色が視野を暗くし、液晶ディスプレイ装置の機能を損なう、そうした液晶用フィルムなどの用途において問題があった。

**【0003】**

前記した問題に対応して、低い着色度および高い透明性を示す種々のポリイミド被膜およびフィルムが開発されてきた。こうした先行技術の被膜およびフィルムの開発は、透明ポリイミドフィルムの着色原因に的を絞った一連の研究により導かれてきた。これらの研究は、ポリイミドの着色が、ポリイミド用出発原料として用いるために選択される芳香族テトラカルボン酸二無水物およびジアミノ化合物のタイプに大きく依存することを報告している。特に、これらの研究は、メタ位にアミノ基を有する芳香族ジアミンがジアミノ化合物として特に有効であり、これとピフェニルテトラカルボン酸二無水物との混合物が無色透明のポリイミドの生成に導くことができることを提案している（下記特許文献1）。

**【0004】**

また、こうした先行技術の被膜およびフィルムの開発は、より高い生成温度または重合温度が、得られたポリイミドの着色度に悪影響を及ぼすというよく知られている原則によって導かれてきた。芳香族テトラカルボン酸二無水物およびジアミノ化合物を80℃以下の温度で重合してポリアミド酸溶液を生成させ、その後、ポリアミド酸を熱的または化学的手段によってイミド化するという方法によって実際にこれらの先行技術のポリアミドは製造される（下記特許文献1）。

**【0005】**

しかし、前記特許文献1では80℃以下の温度で重合するため、重合速度が低

く、生産コストが高いという問題があった。この問題を解決するため、ディーツは下記特許文献2により、生産コストの安いポリイミドを提案している。

【0006】

【特許文献1】

米国特許第4,876,330号、1欄64行-2欄~6行、8欄25-39行

【0007】

【特許文献2】

特開2000-313804号公報

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、前記従来技術を改善し、透明性をさらに高くしたポリイミド被膜とこれに用いるポリイミド前駆体液を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】

前記目的を達成するため、本発明のポリイミド前駆体液組成物は、以下の化学式(A) (式中、Xは、 $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-CH_2-$ 、 $-CF_2-$ 、 $-C(CH_3)_2-$ 、 $-C(CF_3)_2-$ または直接結合を表わす) 及び化学式(B) から選ばれる少なくとも1種の芳香族テトラカルボン酸二無水物と

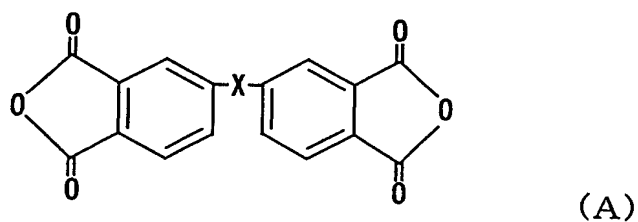
、  
以下の化学式(I) 及び化学式(II) (式中、Yは、 $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-CH_2-$ 、 $-CF_2-$ 、 $-C(CH_3)_2-$ 、 $-C(CF_3)_2-$ 、 $-CO-$ または直接結合を表わす) から選ばれる少なくとも1種の芳香族ジアミンと、

極性重合溶媒と、

前記極性重合溶媒と同等又はそれ以上の沸点を有するラクトン化合物を含むことを特徴とする。

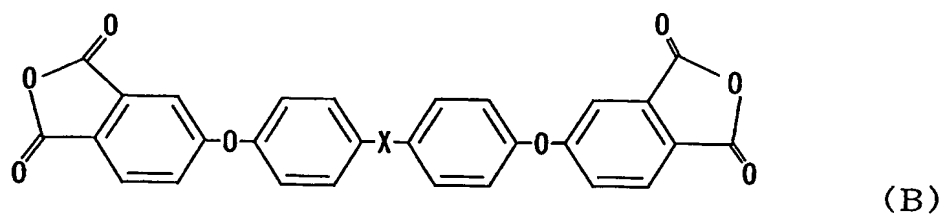
【0010】

## 【化5】



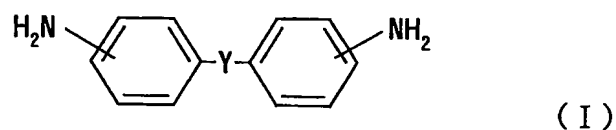
【0011】

## 【化6】



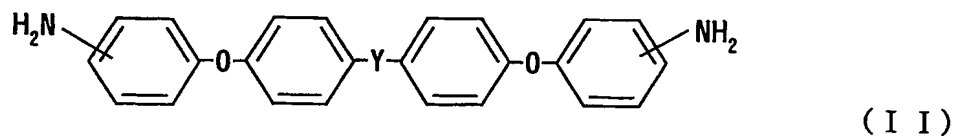
【0012】

## 【化7】



【0013】

## 【化8】



【0014】

次に本発明のポリイミド被膜は、前記ポリイミド前駆体液組成物をイミド転化させたことを特徴とする。

【0015】

## 【発明の実施の形態】

本発明者らは、ポリイミド被膜の着色は、極性有機溶媒である重合溶媒が、イミド化反応をさせるための高温加熱の際に、熱分解などの様々な反応により、着色するのではないかと仮説を立て、実験をした。すなわち、ポリイミド前駆体液



に用いられる極性有機溶媒は、N，N-ジメチルアセトアミド（DMAC）、ジメチルホルムアミド（DMSO）などは、窒素（N）元素を含み、熱分解すると着色の原因になる。そこで、様々な添加剤を検討し、極性重合溶媒と同等又はそれ以上の沸点を有するラクトン化合物を添加すると、イミド化反応の際に着色防止作用があることを見出した。

#### 【0016】

本発明で用いるラクトン化合物は、 $\alpha$ -メチルー $\gamma$ -ブチロラクトン、 $\gamma$ -バレロラクトン、 $\delta$ -バレロラクトン、 $\beta$ -プロピオラクトン、 $\gamma$ -ブチロラクトン及び $\epsilon$ -カプロラクトンから選ばれる少なくとも一つであることが好ましい。

#### 【0017】

また、前記ポリイミド前駆体液の固形分を100質量部としたとき、前記極性重合溶媒が150～900質量部、前記ラクトン化合物が15～750質量部の範囲であることが好ましい。

#### 【0018】

また、前記ポリイミド前駆体は、前記極性重合溶媒中で重合され、その後に前記ラクトン化合物が添加されていることが好ましい。

#### 【0019】

本発明のポリイミド被膜は、厚さ $50 \pm 10$ マイクロメートル（ $\mu\text{m}$ ）のフィルムまたは被膜に対して420ナノメートル（ $\text{nm}$ ）の光を照射したとき、50%以上の透過率を示すことが好ましく、さらに好ましくは60%以上、特に好ましくは70%以上である。

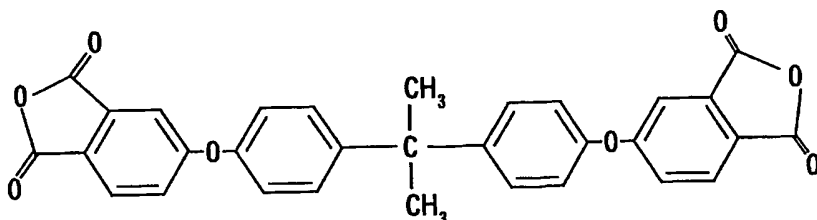
#### 【0020】

芳香族テトラカルボン酸二無水物の例には、ビフェニル二無水物、2，2-ビス（3，4-ジカルボキシルフェニル）ヘキサフルオロプロパン二無水物、ジフェニルスルホン二無水物、2，2-ビス（3，4'-ジカルボキシフェニル）プロパン二無水物、ジフェニルスルフィド二無水物、ジフェニルスルホキシド二無水物、オキシジフタル酸無水物、ビフェニルテトラカルボン酸二無水物およびベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物が挙げられる。好ましい実施形態において、Xはフッ素置換脂肪族炭化水素基である。更に好ましい実施形態において、

本発明の芳香族テトラカルボン酸二無水物モノマー成分は、以下の式のBPAD Aである。

【0021】

【化9】

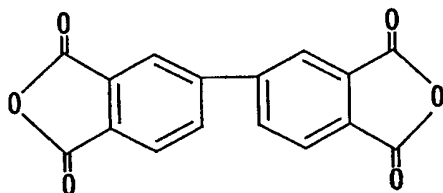


【0022】

もう一つの更に好ましい実施形態において、Xは直接結合であり、芳香族テトラカルボン酸二無水物モノマー成分は、以下の式のビフェニルテトラカルボン酸二無水物、すなわちBPDAである。

【0023】

【化10】



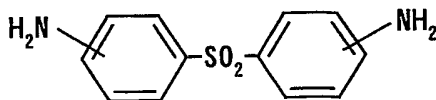
【0024】

本発明の芳香族ジアミンは、前記一般式(I)または一般式(II)のいずれかによって表わされる置換芳香族ジアミンである。好ましい実施形態において、Yはスルホンであり、芳香族ジアミンは以下の式のビス〔置換ーアミノフェニル〕スルホン(置換-DDS)である。メタ体であっても良いし、パラ体であっても良いが、好ましくはパラ体である。パラー置換芳香族ジアミンの例には、ビス〔4ーアミノフェニル〕スルホン、4,4'ービフェニルジアミン、オキシジアニリン、4,4'ージアミノフェニルスルホン、4,4'ージアミノフェニルスルフィド、4,4'ージアミノジフェニルスルホキシド、メチレンジアニリン、4

, 4'-ジアミノジフェニルジフルオロメタン、2, 2'-ビス [4 - (4-アミノフェノキシ) フェニル] プロパン (BAPP) およびビス [4 - (4-アミノフェノキシ) フェニル] スルホン (BAPS) が挙げられる。

#### 【0025】

##### 【化11】



#### 【0026】

本発明のポリアミド酸溶液を製造する際に、SO<sub>2</sub>官能基 (例えば、4, 4-DDS) および/またはAr-O-Arエーテル結合 (例えば、BAPPまたはBAPS) を含むジアミンを用いる場合、得られるポリイミドの色を薄めるおよび/または靱性を改善する目的で第二ジアミンモノマーをそれと共に用いることが好ましい。この第二ジアミンモノマーは、パラまたはメタ置換芳香族ジアミンのいずれかであることが可能である。メタ置換芳香族ジアミンの例には、ビス [4 - (3-アミノフェノキシ) フェニル] スルホン、すなわちBAPSM、1, 3-メタフェニレンジアミン、すなわちMPDA、および3, 4'-オキシジアニリン、すなわち3, 4-ODAが挙げられる。

#### 【0027】

本発明において、前記化学式 (B) で示されるXが-(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-であるBPADAは、示差走査熱量計 (DSC) による融点吸熱ピーク温度が187℃以上であり、かつ融点オンセット吸熱温度未満では実質的に吸熱も発熱もないことが好ましい。このようなBPADAを用いると、さらに透明性を高く維持できる。

#### 【0028】

また、前記化学式 (A) で示される化合物がビフェニルテトラカルボン酸二無水物 (BPDA) の場合、前記化学式 (B) で示されるBPADAの配合割合は、BPDA:BPDA=9:1~5:5の範囲であることが好ましい。この範囲であれば、透明性を高く維持したままで強靱性を高くできる。

#### 【0029】

芳香族テトラカルボン酸二無水物に他の官能基を導入すると、コストが高くなる傾向となる。とくにフッ素を導入すると製造コストは大幅に高くなる。この理由から、前記化学式 (B) に示すビフェニルテトラカルボン酸二無水物 (BPD A) が好ましい。

#### 【0030】

好ましい実施形態において、本発明のポリアミド酸または被膜溶液は、極性有機溶媒中において 90℃ より低い温度で不活性雰囲気において上述した芳香族テトラカルボン酸二無水物 (2 官能酸無水物ともいう) 成分および芳香族ジアミンモノマー成分を反応または重合させることにより製造される。反応時間は 6 時間以上である。

#### 【0031】

当業者に対して明らかであるように、ポリアミド酸または被膜溶液を製造する場合、2 官能酸無水物成分およびジアミンモノマー成分を可能な限り等モル比で反応させて重合度を上げることが好ましい。従って、2 官能酸無水物 / ジアミンのモル比を 0.9 ~ 1.1 / 1.0、更に好ましくは 1.00 ~ 1.04 / 1.0 の範囲に維持することが好ましい。本発明のポリアミド酸溶液中のポリアミド酸の分子量は、好ましくは 5,000 ~ 500,000、更に好ましくは 15,000 ~ 100,000 である。

#### 【0032】

本発明において有用な極性有機溶媒は、重合反応に対して不活性であり、モノマー成分を溶解することができると共に、熱イミド化中に分解しない溶媒である。こうした溶媒の例には、ジメチルアセトアミド、ジメチルホルムアミド、テトラヒドロフランおよびジオキソランがあり、好ましい溶媒は N, N-ジメチルアセトアミド (DMAC) である。これらの溶媒を単独でまたは混合物としてあるいはトルエン、キシレン、すなわち芳香族炭化水素などの他の溶媒と混合して用いることができる。

#### 【0033】

反応混合物は、2 官能酸無水物成分およびジアミンモノマー成分に加えて、得られるポリイミド被膜またはフィルムの透明性および薄い色特性に悪影響を及ぼ

さない加工助剤または流動補助剤（例えば、モダフロウ（MODAFLOW）（登録商標）流動補助剤）、酸化防止剤、染料、無機顔料（例えば、二酸化チタン、 $TiO_2$ ）、および充填剤（例えば、ポリテトラフルオロエチレン、フッ素化エチレン／プロピレンコポリマー）などの添加剤を含有することもできる。

#### 【0034】

ポリアミド酸溶液の取り扱いを容易にするために、溶液中のポリアミド酸の濃度は、約10～30重量%、好ましくは約20～約25重量%の範囲であり、また溶液の粘度は約100～約50,000 c p s の範囲であることが好ましい。

#### 【0035】

ポリアミド酸溶液を製造すると、それを光学的に有用な物品上にキャストまたは被覆することができる。本発明と共に用いることが考慮されている光学的に有用な物品には、液晶ディスプレイ、光ファイバーケーブル、導波管および太陽電池が挙げられるが、それらに限定されない。

#### 【0036】

極性有機溶媒は、キャストまたは被覆工程が完了すると、ポリアミド酸溶液から除去され、ポリアミド酸は化学的にまたは熱的にイミド化されてポリイミドになる。

#### 【0037】

好ましい実施形態において、約500～約25,000 c p s の範囲の粘度を有する20～25重量%ポリアミド酸溶液は、ガラス板またはステンレス鋼板などの上に規定された厚さでキャストされる。極性溶媒の除去およびポリアミド酸のイミド化は、その後、逐次にまたは同時に行われる。更に好ましい実施形態において、ポリアミド酸溶液は、対象物表面上にキャストされ、80～120℃の温度で30～120分にわたり乾燥されて、フィルムを形成する。次に、温度を200℃に上げ、この温度を10～180分にわたり維持する。その後、温度を250～300℃に上げ、この温度を30～120分にわたり維持して、フィルムをイミド化してポリイミドフィルムにする。

#### 【0038】

あるいは、イミドを化学的イミド化法によって閉環することができる。好まし

い実施形態において、無水酢酸および第三アミンは、閉環用の触媒として用いられる。更に好ましい実施形態において、メタンスルホン酸などの強酸が触媒として用いられ、共沸水はトルエンなどの共溶媒を用いることにより除去される。

#### 【0039】

もう一つの好ましい実施形態において、本発明のポリアミド酸溶液は、光ファイバーに塗料として塗布される。特に、光ファイバーは塗布装置に通され、約500～2500cpsの範囲の粘度を有する20～25重量%ポリアミド酸溶液は、ファイバーの長さにならって塗布される。その後、極性触媒の除去およびポリアミド酸のイミド化は、好ましくは、被覆された光ファイバーを120℃～300℃の温度ゾーンでオープンに0.3メートル/分(m/min)～9.3～12.4m/minの速度で通すことにより行われる。

#### 【0040】

得られるポリイミドフィルムまたは被膜は本質的に無色透明である。好ましい実施形態において、フィルムまたは被膜は、厚さ $50 \pm 10$ マイクロメートル( $\mu\text{m}$ )のフィルムまたは被膜に対して420ナノメートル(nm)の光を照射したとき、少なくとも50%の透過率を示す。

#### 【0041】

##### 【実施例】

本発明を以下の実施例を用いて具体的に説明する。

##### (融点の測定)

島津製作所製の示差走査熱量計DSC-60を使用して、融点を測定した。

##### (透過率の測定方法)

島津製作所製の分光光度計UV-2550を使用して、420nmの透過率を測定した。

##### (強靱性の測定)

フィルムを指で折りたたみ、さらに爪で強くこすって折り目をしっかりと作り、開いて平らにし、再度爪で強くこすって折り目をしっかりと作る試験を10回繰り返した。この試験でひび割れ又は破れができたものは×、できなかったものは○とした。

## 【0042】

## (実施例1)

## (1) 芳香族ジアミン

芳香族ジアミンとしては、前記化学式(I)のパラ体である4,4-DDS:和歌山精化工業から商品名セイカキューアースで販売されている4,4'-ジアミノジフェニルスルホンを用いた。

## (2) 2官能酸無水物

2官能酸無水物としては、前記化学式(A)のBPDA:三菱化学製、商品名"BPDA"で販売されているジフェニルテトラカルボン酸二無水物モノマー、及び前記化学式(B)の2,2-ビス[4-(ジカルボキシフェノキシ)フェニル]プロパン酸二無水物(BPADA):中国、上海市に存在する合成樹脂研究所製、商品名"BPADA"を用いた。前記BPADAは、図1に示すとおり、示差走査熱量計(DSC)による融点吸熱ピーク温度が189.96℃であり、かつ融点オンセット吸熱温度(187.26℃)未満では実質的に吸熱も発熱も存在しない。これは、透明性に悪影響を与える低温領域の不純物が極めて少ないか、まったく無いことを意味している。

## (3) 極性有機溶媒

極性有機溶媒としては、DMAC:三菱ガス化学から販売されているN,N-ジメチルアセトアミドを用いた。

## (4) ラクトン化合物

ラクトン化合物は、三菱化学製のγ-ブチロラクトンを用いた。

## (5) その他の希釈溶媒

テトラヒドロフラン及びブトキシエタノールは和光純薬製、イソホロンはダイセル化学製をそれぞれ用いた。

## (6) サンプルの製造および試験方法

## (a) ポリアミド酸(ポリイミド前駆体)溶液の合成:

一定量のジアミンモノマーおよびDMAC溶媒を反応器に投入し、ジアミンモノマーがDMAC溶媒に完全に溶解するまで窒素雰囲気下で攪拌し、40℃で還流した。その後、一定量の2官能酸無水物モノマーを反応器に添加し、ポリアミ

ド酸溶液を生成させた。ポリアミド酸溶液を製造するために用いた2官能酸無水物成分とジアミンモノマー成分とのモル比は、1.03/1.0であった。また、溶媒とポリアミド酸固形分の混合比は、固形分が28質量%となるようにした。重合反応終了後、 $\gamma$ -ブチロラク톤を所定量添加した。ポリイミド前駆体液の固形分を100質量部としたとき、極性重合溶媒は257質量部、ラクトン化合物等の添加物は表1に記載のとおり添加した。

(b) ポリイミドフィルムの製造:

ポリアミド酸溶液をデシケータに入れ、その中で10 mmHgの圧力で1時間にわたり保持して、溶液のガス抜きを行った。その後、ガス抜きされた溶液を剥離被覆されたガラス板上にキャストして、 $50 \pm 10$  マイクロメートル ( $\mu\text{m}$ ) のフィルム厚さとした。調整用間隙を有する引落としバーを介してキャストフィルムの幅方向の厚みを均一にした。その後、キャストされたガラス板をオーブンに入れ、フィルムを80℃で45分、次に120℃で30分、その次に150℃で30分、その後300℃で30分間イミド化反応をさせて硬化させた。その後、ガラス板をオーブンから取り出し、室温に冷やし、フィルムをガラス板から剥離した。その後、透過率と強靱性を測定した。その結果を表1に記載する。

【0043】



【表1】

実験番号	モノマー	2官能酸無水物のモル比	添加剤 (質量部)	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	透過率 (%)	強靱性
1	4,4-DDS// BPDA/BPADA	90/10	ラクトン (214)	52	73.2	○
2	4,4-DDS// BPDA/BPADA	80/20	ラクトン (214)	49	72.4	○
3	4,4-DDS// BPDA/BPADA	70/30	ラクトン (214)	53	76.3	○
4	4,4-DDS// BPDA/BPADA	60/40	ラクトン (214)	51	74.7	○
5	4,4-DDS// BPDA/BPADA	50/50	ラクトン (214)	48	73.5	○
6	4,4-DDS// BPDA/BPADA	70/30	ラクトン (43)	48	72.8	○
7	4,4-DDS// BPDA/BPADA	70/30	ラクトン (143)	54	75.2	○
8	4,4-DDS// BPDA/BPADA	70/30	ラクトン (643)	56	71.9	○
9 (比較例)	4,4-DDS// BPDA/BPADA	90/10	— (0)	52	67.8	○
10 (比較例)	4,4-DDS// BPDA/BPADA	80/20	— (0)	49	68.7	○
11 (比較例)	4,4-DDS// BPDA/BPADA	70/30	— (0)	53	67.0	○
12 (比較例)	4,4-DDS// BPDA/BPADA	60/40	— (0)	51	66.1	○
13 (比較例)	4,4-DDS// BPDA/BPADA	50/50	— (0)	48	69.8	○
14 (比較例)	4,4-DDS// BPDA/BPADA	70/30	テトラヒドロフラン (214)	57	65.8	○
15 (比較例)	4,4-DDS// BPDA/BPADA	70/30	ブトキシエタノール (214)	53	62.7	○
16 (比較例)	4,4-DDS// BPDA/BPADA	70/30	イソロン (214)	57	0.2	×

(備考) 添加物の欄の ( ) 内の数値は、ポリイミド前駆体 (固形分) を100質量部としたときの添加剤の質量部を示す。

## 【0044】

表1において、実験番号1～8は本発明の範囲内であったので、透明性も強靱性も高かった。これに対して実験番号9～16はラクトン化合物を添加しなかったため、透明性は本発明品よりも低かった。

## 【0045】

表1から明らかなおとおり、ラクトン化合物を添加したことにより、さらに透過

率を高くすることが確認できた。

【0046】

【発明の効果】

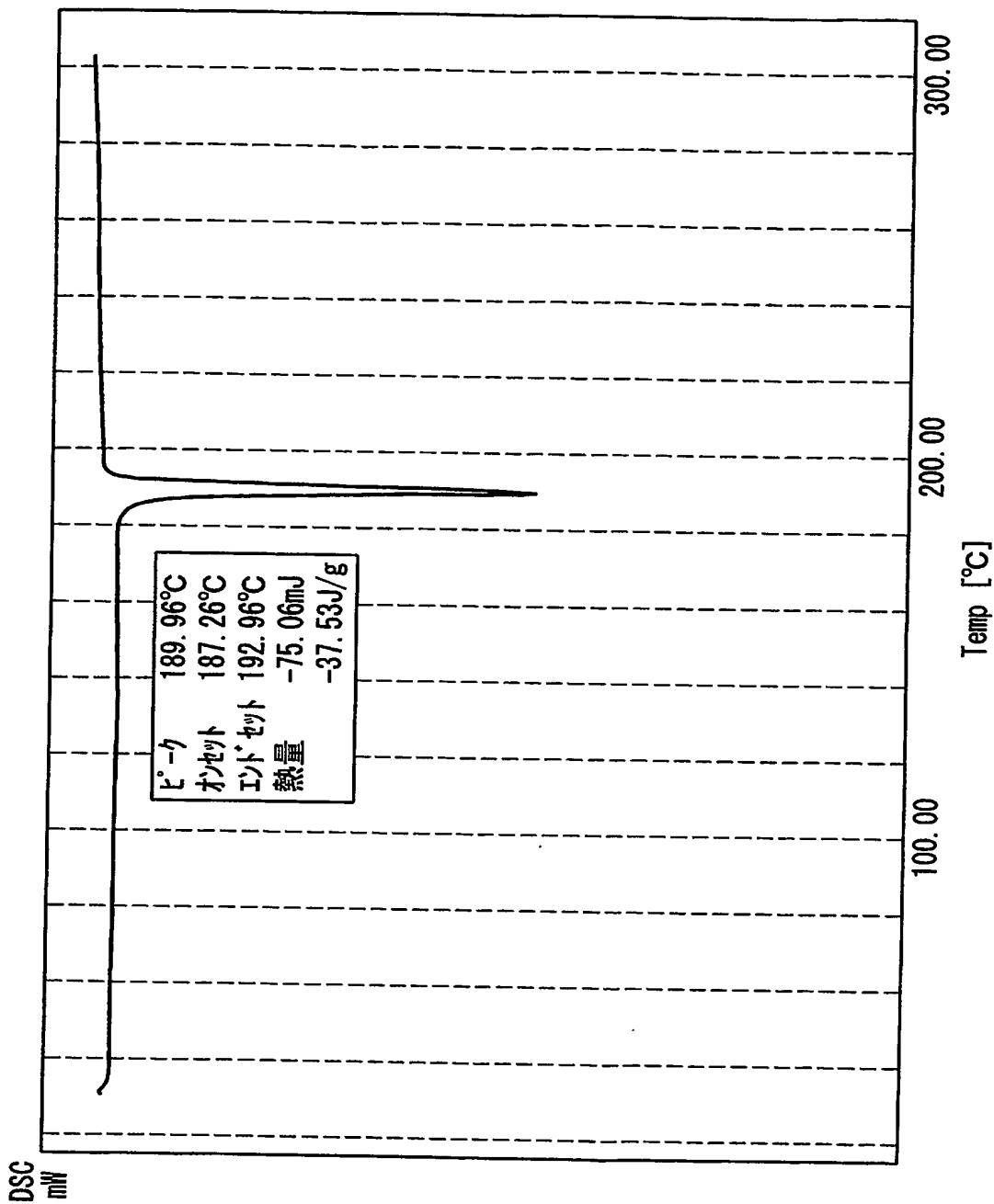
以上説明したとおり、本発明は、透明性を高く維持し、かつ強靱性の高いポリイミド被膜とこれに用いるポリイミド前駆体液を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施例で用いたBPADAの示差走査熱量計（DSC）による熱分析データ。

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 光ファイバー、耐熱性被膜等に有用な本質的に無色透明なポリイミド被膜又はフィルムを提供する。

【解決手段】 芳香族ジアミンと、芳香族テトラカルボン酸二無水物を含み、極性有機溶媒中で反応させて得られるポリイミド前駆体液に、前記極性重合溶媒と同等又はそれ以上の沸点を有するラクトン化合物を添加し、ポリイミド前駆体液組成物とする。これにより、透明性を高く維持し、かつ強靱性の高いポリイミド被膜とこれに用いるポリイミド前駆体液を提供できる。

【選択図】 図1

特願 2002-381995

ページ: 1/E

出願人履歴情報

識別番号

[391059399]

1. 変更年月日

1991年 9月30日

[変更理由]

新規登録

住 所

滋賀県大津市一里山5丁目13番13号

氏 名

株式会社アイ. エス. テイ